錠剤の処理 錠剤 1 錠を電流滴定装置中で緩衝液 (Kolthoff ホウ砂・ KH_2PO_4 , pH 8.32) 数滴を加えて発泡分解した後, EtOH 4.0 cc を加えガラス棒でよくかきまぜ, 約 10 min 後 1M KNO_3 2.0 cc を加え, 上の緩衝液を用いて全量 20 cc にうすめた. この液の pH は約 7 であった.

滴定液 錠剤中の PMA 定量のための滴定液には約 $4 \times 10^{-3} \text{M}$ KI 液をつくり, つぎの方法でその力価を定めた. すなわち錠剤 10 錠を緩衝液にとかし, ろ過後 200 cc とし, その 20 cc (この中に含まれる PMA 量を $x \text{ mg}$ とする) ずつに純 PMA (mp 149° , Hg 含量 59.55%) 一定量を添加し, 上の滴定操作によつて滴定した結果, Table III のようになり, この結果からこの KI 液 1 cc は PMA 1.398 mg に対応することを知つた.

本研究は著者らが岐阜薬科大学在動中に行なつたもので, 便宜をたまわつた同学長宮道悦男博士に感謝します.

東京薬科大学 名城大学薬学部

UDC 615.778[546.49]-07 : 546.15.02.131

長瀬雄三, 馬場茂雄, 鈴木美智雄: 放射性同位元素による医薬品の分析 (第 1 報)

酢酸フェニル水銀の定量^{*1}

Yüzö Nagase, Shigeo Baba, and Michio Suzuki: Studies on the Analysis of Drugs by Use of Isotopes. I. Quantitative Determination of Phenylmercuric Acetate.

(Tokyo College of Pharmacy^{*2})

Determination of phenylmercuric acetate was carried out by addition of 0.05(w/v)% of potassium iodide [^{131}I] solution to form the insoluble iodide of phenylmercuric acetate and measurement of specific radioactivity of the supernatant by a scintillation counter. Determination of phenylmercuric acetate in the range of 0.25~2.0 mg. was possible with standard deviation of below 0.025. Presence of a bulking agent does not interfere in the present determination but the presence of chloride ion was found to cause negative error.

(Received February 1, 1960)

酢酸フェニル水銀 (以下 PMA と略) はヨウ素イオンと反応して難溶性沈でんをつくることについては PMA の電流滴定に関する報告¹⁾ 中でのべた. 一方ヨウ素には安価に入手できる放射性同位元素 ^{131}I がある. 著者らは $^{131}\text{I}^-$ を用い, PMA の定量分析を試み満足な結果を得た.

試料に 0.05 w/v% [^{131}I] ヨウ化カリウム液 $a \text{ cc}$ を加え, 二昼夜放置後上澄液 1 cc を試料皿中で蒸発乾固し, シンチレーション計数管で 5~10 分間計数し, 1 分間あたりの計数 (cpm) を C_A とする. 同一操作を PMA を含まないものについておこない, そのときの cpm を C_B とする. (I) 式から試料中の PMA の量を求めた.

$$\text{PMA の mg} = \frac{C_B - C_A}{C_B/a} \times 1.027 \text{ mg} \quad \dots\dots\dots (I)$$

なお 1.027 mg は本研究に用いた 0.05 w/v% [^{131}I] ヨウ化カリウム液 1 ml に対応する PMA の mg 数である.

0.25~2.0 mg 前後の PMA を含有する標準試料について上法により試みた分析結果は Table I に示したとおりで, 理論値と分析値との回帰直線に対し, Youden の方法²⁾ を用い, 標準偏差を推定すれば標準偏差は 0.025 となり, 回帰直線の a (=縦軸との交点) は比較的小で, b (=傾斜) は 1 に近い値となつた.

賦形薬の本定量法におよぼす影響をみるために市販の PMA 製剤と似た処方³⁾ の賦形薬を調製し, これに標準試料を加えて定量したところ, 賦形薬による影響は認められなかつた. また電流滴定の際にも考慮したように塩素

*1 第 3 回日本薬学会関東支部総会に発表 (昭和 34 年 11 月).

*2 Kashiwagi, Shinjuku-ku, Tokyo.

1) 長瀬, 井口: 本誌 80, 1480(1960).

2) W.J. Youden: Anal. Chem. 19, 946(1947).

Table I. Analytical Results of Standard Sample

Added PMA (mg.)	Found PMA (mg.)	Δ (mg.)
0.253	0.262	+0.009
0.505	0.471	-0.034
0.761	0.756	-0.005
1.010	0.950	-0.060
1.261	1.262	+0.001
1.515	1.515	0.000
1.767	1.740	-0.027
2.020	2.044	+0.020
Slope	1.010	
Intercept	-0.0229	
Standard deviation	0.025	

Table II. Analytical Results of PMA in the Presence of Diluents^{a)}

Added PMA (mg.)	Found PMA (mg.)	Δ (mg.)
0.253	0.235	-0.018
0.505	0.542	+0.037
0.758	0.753	-0.005
1.010	1.057	+0.047
1.010	0.986	-0.024

Table III. Analytical Results of PMA in the Presence of Chloride Ion

Added PMA (mg.)	Found PMA (mg.)
1.010	0.854
1.010	0.804
1.010	0.724
1.010	0.841
1.010	0.835
Mean	0.812

a) 調製した賦形薬の処方

ホウ酸	0.2 g.
酒石酸	2.0 g.
炭酸水素ナトリウム	7.0 g.
でんぶん	3.9 g.

イオンの影響について, 加えた $[^{131}\text{I}]\text{ヨウ化カリウム}$ の半当量の塩化ナトリウムを加えて定量した結果は Table III に掲げたように負の誤差の原因になることが明らかになった。

実 験 の 部

PMA 標準液 PMA 126.25 mg を少量の EtOH にとかし, 水を加えて 250 cc とする。本液 1 cc は 0.505 mg の PMA を含有する。

0.05 w/v% $[^{131}\text{I}]\text{ヨウ化カリウム液}$ 0.1N AgNO_3 液で力価を決定した 0.5 w/v% KI 液 10 cc に適当量^{*3} の $^{131}\text{I}^-$ を加え, 全量を 100 cc とする。本液 1 cc を試料皿中で蒸発乾固し, シンチレーション計数管で計数したとき約 10000 cpm の比放射能が得られるように $^{131}\text{I}^-$ を添加した。

操 作 あらかじめ 10 cc のところに目盛りした遠心沈でん管に試料をとり, 0.05 w/v% $[^{131}\text{I}]\text{KI}$ 液 2~4 cc^{*4} をマイクロピレットを用いて加え, 水でうすめて全量を 10 cc とし, 二昼夜放置後水を加えて 10 cc とし, 遠心分離する。上澄液 (必要ならばろ過し, そのろ液) の 1 cc をとり, 試料皿中で赤外線ランプを用いて乾燥後シンチレーション計数管で統計誤差が 1% 以下になるように計数する。

種々便宜を賜わった本学学長 村山義温博士に感謝します。

東京薬科大学

^{*3} 使用した $^{131}\text{I}^-$ は使用開始時には 15.5 mC/cc の比放射能をもち, 納品書によれば「 $^{131}\text{I}^-$ の抽出には担体を使用せず」と書いてあるので, $^{131}\text{I}^-$ の添加による 0.05 w/v% $[^{131}\text{I}]\text{KI}$ 液の力価の変化は無視してもよいと考えられる。

^{*4} 本液の添加量は予想される PMA に対応する量の約 2 倍以上にした。